



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2013153658/02, 03.12.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
03.12.2013

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 03.12.2013

(45) Опубликовано: 10.04.2015 Бюл. № 10

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2319755 C2, 20.03.2008. RU
2347828 C2, 27.02.2009. RU 2299253 C2,
20.05.2007. RU 2221886 C2, 20.01.2004. RU
2356961 C2, 27.05.2009. US 4285914 A,
25.08.1981. WO 8908723 A1, 21.09.1989. GB
970992 A, 23.09.1964

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19, УрФУ,
Центр интеллектуальной собственности, Маркс
Т.В.

(72) Автор(ы):

Самойлов Валерий Иванович (KZ),

Зеленин Виктор Иванович (RU),

Оналбаева Жанар Сагидолдиновна (KZ)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования "Уральский
федеральный университет имени первого
Президента России Б.Н. Ельцина" (RU)

(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ СМЕСИ ЛИТИЕВЫХ КОНЦЕНТРАТОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к металлургии, в частности к способу переработки лепидолитовых и сподуменовых концентратов. Способ включает приготовление шихты из лепидолитового и сподуменного концентратов, активирующую подготовку шихты, получение сернокислотного раствора сернокислотным выщелачиванием с разделением пульпы выщелачивания на раствор сульфата лития и кек. При этом перед сернокислотным выщелачиванием

активированную шихту сульфатизируют серной кислотой с расходом $1,2 \div 1,6$ мл на 1 г смеси в течение $4 \div 6$ мин, а сернокислотному выщелачиванию подвергают сульфатизированную шихту и ведут его в течение $40 \div 50$ мин. Техническим результатом является повышение степени извлечения лития в раствор и снижение времени выщелачивания. 1 табл., 1 пр.

RU 2 546 952 C1

RU 2 546 952 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 546 952** (13) **C1**

(51) Int. Cl.

C22B 26/12 (2006.01)

C22B 3/08 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2013153658/02, 03.12.2013

(24) Effective date for property rights:
03.12.2013

Priority:

(22) Date of filing: 03.12.2013

(45) Date of publication: 10.04.2015 Bull. № 10

Mail address:

620002, g.Ekaterinburg, K-2, ul. Mira, 19, UrFU,
Tsentr intellektual'noj sobstvennosti, Marks T.V.

(72) Inventor(s):

**Samojlov Valerij Ivanovich (KZ),
Zelenin Viktor Ivanovich (RU),
Onalbaeva Zhanar Sagidoldinovna (KZ)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Ural'skij
federal'nyj universitet imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N. El'tsina" (RU)**

(54) **METHOD OF WORKING OF LITHIUM CONCENTRATES MIXTURE**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: method includes preparation of charge out of lepidolite and spodumene concentrates, active charge preparation, making of sulphuric solution by sulphuric leaching with pulp separation by leaching to lithium sulphate solution and cake. At that prior to sulphuric leaching the activated charge is sulphated by

sulphuric acid with consumption 1.2÷1.6 ml per 1 g of mixture for 4÷6 minutes, and sulphuric leaching is applied to sulphated charge for 40÷50 minutes.

EFFECT: increased degree of lithium extraction to solution and decreasing of leaching time.

1 tbl, 1 ex

R U 2 5 4 6 9 5 2 C 1

R U 2 5 4 6 9 5 2 C 1

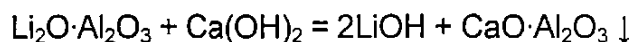
Изобретение относится к металлургии, в частности к переработке лепидолитовых и сподуменовых концентратов.

Лепидолит ($\text{KLi}_{1,5}\text{Al}_{1,5}[\text{Si}_3\text{AlO}_{10}][\text{F},\text{OH}]_2$) и сподумен ($\text{LiAl}[\text{Si}_2\text{O}_6]$) являются одними из основных промышленных минералов лития [1, стр.12-18, 20]. В горно-обогатительных производствах лепидолит и сподумен извлекают из руд в соответствующие концентраты. Вследствие низкого содержания лития в литиевых концентратах (не более ~4 масс.% [1, стр.92]) известные способы извлечения из них лития являются технически труднореализуемыми и весьма дорогостоящими.

Для извлечения лития из его минералов может быть использовано большое число известных способов: сернокислотных, известковых и других [1, стр.121-154; 2, стр.226-272]. Основная часть указанных способов извлечения лития из литиевых концентратов рассчитана на переработку только индивидуальных минералов лития, что значительно сужает сырьевую базу литиевых производств. Число известных способов совместной переработки литиевых концентратов в настоящее время ограничено.

Известен способ извлечения лития из смеси лепидолитового и сподуменового концентратов (ЛК и СК) [2, стр.243-249], принятый за аналог и включающий: 1) смешение СК с известняком (в массовом соотношении 1:3) и добавление к полученной смеси ЛК в количестве 10÷40 масс.%; 2) активирующую подготовку составленной из концентратов и известняка шихты путем ее спекания при температуре 900÷950°C с последующим измельчением спека; 3) водное выщелачивание активированной шихты (измельченного спека).

В результате спекания смеси концентратов с щелочноземельным флюсом - известняком - происходит щелочное разложение ЛК и СК и образование нерастворимых в воде алюмината натрия и силиката кальция. Однако за счет избытка известняка, подаваемого на стадию его спекания с концентратами, в процессе выщелачивания измельченного спека образуются водорастворимый гидроксид лития и нерастворимый в воде алюминат кальция:



После разделения пульпы со стадии выщелачивания измельченного спека на раствор гидроксида лития и Al-, Ca-, кремнийсодержащий кек, водной отмывки кека от щелочного раствора кек сбрасывают в отвал. Использование в способе-аналоге значительных объемов известняка на стадии его шихтовки с концентратами (115÷214% к суммарной массе концентратов) ведет к получению крайне бедной по содержанию лития сырьевой шихты (~1 масс.% лития и менее), что обуславливает высокие затраты на извлечение лития из данной шихты, образование большой массы отвального кека (отмывка которого от гидроксида лития является сложной задачей), вследствие чего с кеком теряются значительные количества лития, так что извлечение лития из смеси концентратов в раствор составляет всего 80÷84 масс.%.

Недостатком способа-аналога переработки смеси ЛК и СК является низкое извлечение лития из смеси указанных концентратов в раствор.

Наиболее близким по совокупности признаков к предлагаемому способу является способ извлечения лития из смеси литиевых концентратов [3], принятый за прототип и включающий приготовление шихты из ЛК и СК из расчета получения массового соотношения ЛК и СК в их смеси, равного (2,5÷99,0):1. Затем, согласно способу-прототипу, проводят активирующую подготовку шихты путем ее механоактивации с получением рентгеноаморфного продукта крупностью менее 45 мкм, который распульповывают в воде. В полученную пульпу, согласно способу-прототипу, добавляют

серную кислоту для образования водорастворимого сульфата лития. Процесс сернокислотного выщелачивания механоактивированной смеси ЛК с СК проводят в течение $1\div 3$ ч при температуре 95°C . На заключительной стадии способа-прототипа полученный раствор сульфата лития отделяют от кека (нерастворимого кремнеземсодержащего остатка), который отмывают от сульфата лития водой.

Недостатком способа-прототипа является большая продолжительность процесса сернокислотного выщелачивания механоактивированной смеси ЛК с СК и связанные с этим энергозатраты на нагрев сернокислой пульпы выщелачивания.

Задачей заявляемого изобретения является разработка способа совместной переработки ЛК с СК, снижающего продолжительность процесса сернокислотного выщелачивания механоактивированной шихты ЛК с СК и энергозатраты на выщелачивание.

Сущность заявляемого способа переработки смеси литиевых концентратов заключается в том, что в отличие от известного способа-прототипа, включающего приготовление шихты из лепидолитового и сподуменового концентратов, активирующую подготовку шихты, сернокислотное выщелачивание активированной шихты, разделение пульпы выщелачивания на раствор сульфата лития и кек, отмывку кека от сульфата лития водой, согласно заявляемому изобретению активированную шихту сульфатизируют серной кислотой с расходом $1,2\div 1,6$ мл на 1 г смеси в течение $4\div 6$ мин, а сернокислотное выщелачивание активированной шихты проводят в течение $40\div 50$ мин.

Решение поставленной задачи и достижение соответствующих технических результатов обеспечивается тем, что в известном способе переработки смеси литиевых концентратов, включающем приготовление шихты из лепидолитового и сподуменового концентратов, активирующую подготовку шихты, сернокислотное выщелачивание активированной шихты, разделение пульпы выщелачивания на раствор сульфата лития и кек, отмывку кека от сульфата лития водой, согласно заявляемому изобретению активированную шихту сульфатизируют серной кислотой с расходом $1,2\div 1,6$ мл на 1 г смеси в течение $4\div 6$ мин, а сернокислотное выщелачивание активированной шихты проводят в течение $40\div 50$ мин.

За счет снижения продолжительности сернокислотного выщелачивания активированной шихты (которое проводится при температуре 95°C) с $1\div 3$ ч до $40\div 50$ мин обеспечивается снижение энергозатрат на выщелачивание.

Пример осуществления способа.

Способ осуществляется на обычном оборудовании с использованием ЛК и СК с содержанием лития соответственно 2,29 и 3,28% масс. Для осуществления заявляемого способа готовят смеси, состоящие из ЛК и СК, с различным массовым соотношением концентратов. Приготовленные смеси измельчают в планетарной мельнице с получением рентгеноаморфного продукта крупностью 45 мкм. Механоактивированные смеси распульповывают в воде при соотношении Т:Ж=1:0,8. В полученную пульпу добавляют 93%-ную серную кислоту из расчета $1,2\div 1,6$ мл на 1 г механоактивированной смеси для проведения процесса ее сульфатизации. Затем пастообразную реакционную массу выдерживают при перемешивании в течение $4\div 6$ мин при 95°C . Образующиеся сульфаты выщелачивают водой при Т:Ж=1:5 (по механоактивированной смеси), температуре 95°C в течение $20\div 50$ мин.

В процессе сернокислотного вскрытия механоактивированной смеси концентратов расход серной кислоты, температурный режим и длительность процессов сульфатизации и выщелачивания назначают исходя из получения требуемой полноты вскрытия смеси

концентратов (Примечание 3-5 к таблице).

Полученную серноокислую пульпу фильтруют, отфильтрованный кек подвергают 2-кратной фильтр-репульпационной отмывке водой, подкисленной серной кислотой до pH 3,0÷3,5, при Т:Ж=1:(5+6) (по механоактивированной смеси) и температуре 70° в течение 15 мин. По остаточному содержанию лития в кеке определяют степень извлечения лития из концентрата в раствор.

Согласно способу-прототипу операция сульфатизации механоактивированной смеси концентратов не предусмотрена, продолжительность выщелачивания сульфатизированной смеси составляет от 1 до 3 ч (таблица), а расход серной кислоты на выщелачивание - 0,6÷0,8 мл на 1 г смеси (Примечание 2 к таблице).

В таблице приведены результаты осуществления способа по заявляемому изобретению и для сравнения - по способу-прототипу.

Таблица - Сравнительные показатели процесса извлечения лития из литийсодержащих концентратов по заявляемому способу и способу-прототипу.

№ примера	Способ реализации	Массовое соотношение ЛК : СК в их смеси	Продолжительность процесса, мин	Количество Li в отвальном кеке, г	Извлечение Li в раствор (по кеку), % масс.
1	Заявляемый способ	2,5:1	30	0,143	85,70
2			40	0,141	85,90
3			50	0,140	86,00
4	Способ-прототип		60	0,140	86,00
5	Заявляемый способ	10,0:1	25	0,042	95,85
6			35	0,041	95,93
7			45	0,040	96,00
8	Способ-прототип		120	0,040	96,00
9	Заявляемый способ	99,0:1	20	0,012	98,80
10			30	0,011	98,95
11			40	0,010	99,00
12	Способ-прототип		60	0,010	99,00

Примечание: 1) в примерах 1-12 загрузка лития с шихтой составляет 1 г;
 2) в примерах 4, 8 и 12 расход H_2SO_4 составляет соответственно 0,8, 0,7 и 0,6 мл на 1 г смеси СК и ЛК;
 3) в примерах 1-3, 5-7 и 9-11 расход H_2SO_4 составляет соответственно 1,6, 1,4 и 1,2 мл на 1 г смеси СК и ЛК;
 4) в примерах 1-3, 5-7 и 9-11 продолжительность сульфатизации составляет соответственно 6, 5 и 4 мин;
 5) в примерах 1-3, 5-7 и 9-11 продолжительность выщелачивания сульфатизированной смеси составляет 20÷50 мин.

Из данных, представленных в таблице, следует, что при осуществлении заявляемого способа (примеры 3, 7, 11) извлечение лития составляет 86÷99% масс. В примерах 3, 7, 11, приведенных в таблице, смеси ЛК и СК составляют из расчета получения массового соотношения концентратов в указанных смесях, равного соответственно 2,5:1, 10,0:1 и 99,0:1. Кроме того, в таблице приведены результаты реализации способа-прототипа (примеры 4, 8, и 12).

Анализ данных, приведенных в таблице, показывает, что при переработке шихты с массовым соотношением ЛК:СК=2,5:1 по заявляемому способу максимальная степень извлечения лития из механоактивированной шихты концентратов (86,0%) достигается при продолжительности выщелачивания сульфатизированной шихты 50 мин (пример

3). Дальнейшее увеличение продолжительности выщелачивания, согласно способу-прототипу, до 60 мин не обеспечивает дополнительного повышения степени извлечения лития из шихты в раствор (пример 4).

Как следует из таблицы, при переработке шихты с массовым соотношением ЛК:СК=99,0:1 по заявляемому способу максимальная степень извлечения лития из механоактивированной шихты концентратов (99,0%) достигается при продолжительности выщелачивания сульфатизированной шихты 40 мин (пример 11). Дальнейшее увеличение продолжительности выщелачивания, согласно способу-прототипу, до 120 мин не обеспечивает дополнительного повышения степени извлечения лития из шихты в раствор (пример 12).

При переработке шихты с массовым соотношением ЛК:СК=10,0:1 по заявляемому способу максимальная степень извлечения лития из механоактивированной шихты концентратов (96,0%) достигается при продолжительности выщелачивания сульфатизированной шихты 45 мин (таблица, пример 7). Дальнейшее увеличение продолжительности выщелачивания, согласно способу-прототипу, до 60 мин не обеспечивает дополнительного повышения степени извлечения лития из смеси в раствор (пример 8).

Таким образом, из данных таблицы следует, что при переработке шихт с массовым соотношением ЛК:СК=(2,5÷99,0):1 извлечение лития из механоактивированной шихты в раствор 86,0÷99,0% обеспечивается за 40+50 мин выщелачивания сульфатизированной шихты.

В сравнении со способом-прототипом заявляемый способ позволяет достичь степень извлечения лития из шихты ЛК с СК 86,0÷99,0% при проведении операции выщелачивания сульфатизированной шихты в течение 40÷50 мин, тогда как по способу-прототипу для этого требуется 60÷180 мин. Учитывая, что операция выщелачивания проводится с нагревом пульпы выщелачивания до 95°C, заявляемый способ позволяет существенно снизить энергозатраты на выщелачивании в сравнении со способом-прототипом.

Источники информации

1. Остроушко Ю.И., Бучихин П.И., Алексеева В.В. и др. Литий, его химия и технология. М.: Атомиздат, 1960. - 200 с.
2. Плющев В.Е., Степин Б.Д. Химия и технология соединений лития, рубидия и цезия. М.: Химия, 1970. - 408 с.
3. Пат. 2319756 РФ, МПК C22B 26/12. Способ извлечения лития из смеси литиевых концентратов / В.И. Самойлов, Н.И. Шипунов. 2008. Бюл. №8.

Формула изобретения

Способ переработки смеси литиевых концентратов, включающий приготовление шихты из смеси литиевых концентратов, состоящей из лепидолитового и сподуменового концентратов, активирующую подготовку шихты, сернокислотное выщелачивание с извлечением лития в раствор, разделение пульпы выщелачивания на раствор сульфата лития и кек, отмывку кека от сульфата лития водой, отличающийся тем, что активированную шихту подвергают сульфатизации серной кислотой с расходом 1,2÷1,6 мл на 1 г смеси в течение 4÷6 мин, а затем сульфатизированную шихту подвергают сернокислотному выщелачиванию в течение 40÷50 мин.